

WPI ACC NO: 2004-446527/ 200442

Multi-functional dental alginate impression material

Patent Assignee: KIM C W (KIMC-I); LEE Y K (LEEY-I); LIM B S (LIMB-I);
LEE Y G (LEEY-I)

Inventor: KIM C W; LEE Y K; LIM B S; LEE Y G

Patent Family (2 patents, 1 countries)

Patent	Application
Number	Kind Date Number Kind Date Update
KR 2004005200	A 20040116 KR 200239532 A 20020709 200442 B
KR 497220	B 20050623 KR 200239532 A 20020709 200659 E

Priority Applications (no., kind, date): KR 200239532 A 20020709

Patent Details

Number	Kind	Lan	Pg	Dwg	Filing	Notes
--------	------	-----	----	-----	--------	-------

KR 2004005200	A	KO	1	10		
---------------	---	----	---	----	--	--

KR 497220	B	KO			Previously issued patent	KR 2004005200
-----------	---	----	--	--	--------------------------	---------------

Alerting Abstract KR A

NOVELTY - Provided is a multi-functional dental alginate impression material composition which involves excellent fluoride discharge and antimicrobial effects.

DESCRIPTION - A multi-functional dental alginate impression material composition comprises: 100 wt.% of powdery impression material; and 0.5-2.5 wt.% of sodium fluoride, 0.5-1.5 wt.% of stannous fluoride and 1-2.5 wt.% of water-soluble chitosan powder, based on the weight of the powdery impression material. The powdery impression material comprises sodium alginate, calcium sulfate, diatomaceous earth, borax, magnesium oxide, potassium chloride, sodium acetate, sodium phosphate, and zinc fluoride.

(19)대한민국특허청(KR) (12) 등록특허공보(B1)

(51) Int. Cl.⁷
A61K 6/10

(45) 공고일자 2005년06월23일
(11) 등록번호 10-0497220
(24) 등록일자 2005년06월15일

(21) 출원번호	10-2002-0039532	(65) 공개번호	10-2004-0005200
(22) 출원일자	2002년07월09일	(43) 공개일자	2004년01월16일

(73) 특허권자 김철위
서울특별시 종로구 연건동 서울대학교 치과대학 치과생체학교실

임범순
서울특별시 종로구 연건동 서울대학교 치과대학 치과생체재료학 교실

이용근
서울특별시 종로구 연건동 서울대학교 치과대학 치과생체재료학 교실

(72) 발명자 이용근
서울특별시 종로구 연건동 서울대학교 치과대학 치과생체재료학 교실

임범순
서울특별시 종로구 연건동 서울대학교 치과대학 치과생체재료학 교실

김철위
서울특별시 종로구 연건동 서울대학교 치과대학 치과생체학교실

(74) 대리인 이원희

심사관 : 정진욱

(54) 다기능형 치과용 알지네이트 인상재

요약

본 발명은 다기능형 치과용 알지네이트 인상재에 관한 것으로, 더욱 상세하게는 치과용 알지네이트 인상재 분말에 불화소다 및 불화석 등의 불소 화합물과 부가적으로 수용성 및 부분 수용성 키토산을 첨가하여 얻어지는 치과용 알지네이트 인상재 분말 및 그의 제조방법에 관한 것으로, 상기 얻어진 치과용 알지네이트 인상재는 인상 채득 과정에서 치아에 불소를 도포하여 치아의 항우식성을 높이며, 항균작용이 있는 키토산 천연물질을 필러로 첨가함으로써 인상채득 후 치면 및 치은 상피의 미생물의 수를 줄여서 치과종사자의 2 차 감염 및 교차감염을 줄일 수 있다.

대표도

도 1

색인어

치과용 알지네이트 인상재, 불소, 키토산

명세서

도면의 간단한 설명

도 1은 본 발명의 알지네이트 인상재 분말의 시간경과에 따른 pH의 변화를 도시한 그래프이다.

도 2는 본 발명의 키토산을 첨가한 알지네이트 인상재 분말의 시간경과에 따른 점도의 변화를 도시한 그래프이다.

발명의 상세한 설명

발명의 목적

발명이 속하는 기술 및 그 분야의 종래기술

본 발명은 다기능형 치과용 알지네이트 인상재에 관한 것으로, 더욱 상세하게는 치과용 알지네이트 인상재 분말에 불화소다 및 불화석 등의 불소 화합물과 부가적으로 수용성 및 부분 수용성 키토산을 첨가하여 얻어지는 치과용 알지네이트 인상재 분말 및 그의 제조방법에 관한 것이다.

치과용 알지네이트 인상재는 고무인상재 (dental rubber impression material) 에 비하여 정확도, 미세부 재현성 (detail reproduction) 및 찢김강도 등이 낮은 것으로 알려져 있으나, 사용이 간편하고 어느 정도의 정밀성을 갖고 있으며 인상채득 부위에 습기가 있어도 부정확한 인상의 원인이 되지 않는 등의 장점을 가지고 있어 상기 단점을 어느 정도 보완한다면 많은 수요를 기대할 수 있다.

Mac Pherson 등은 알지네이트 인상재의 경화시간에 따른 압축강도와 특성의 차이를 보고하였으며 [Mac Pherson GW, Craig RG, Peyton FA : Mechanical properties of hydrocolloid and rubber impression materials. *J. Dent. Res.*, 46:714~721, 1967], 근래에는 미세부 재현성 및 석고와의 친화성에 관한 연구가 활발하게 이루어졌다 [Owen CP : An investigation into the compatibility of some irreversible hydrocolloid impression materials and dental gypsum products. Part I. Capacity to record grooves on the international standard die. *J. Oral. Rehabil.*, 13:93~103, 1986 ; Owen CP : An investigation into the compatibility of some irreversible hydrocolloid impression materials and dental gypsum products. Part II. A refined discriminatory procedure. *J. Oral Rehabil.*, 13:147~162, 1986 ; Reisbick MH, Johnston WM, Rashid RG : Irreversible hydrocolloid and gypsum interactions. *Int. J. Prosthodont.*, 10:7~13, 1997].

치과에서 사용하는 불소 제제의 안전성에 관하여 많은 논란이 있지만, 불소를 알지네이트 인상재의 성분으로 첨가하는 경우 석고 모형재의 경화를 촉진하여 모형의 표면상태를 향상하는 장점이 있는 것으로 확인되었다 [Buchan S, Peggie RW : Role of ingredients in alginate impression compounds. *J. Dent. Res.*, 45:1120~1129, 1966]. 그 결과, 시판되는 일부 치과용 알지네이트 인상재 중에는 불소가 첨가되어 있는데, Hattab은 10 종의 알지네이트 인상재 분말에 함유된 불소 함량은 0.44~2.42% 정도라고 언급하고 있다 [Hattab F : Absorption of fluoride following inhalation and ingestion of alginate impression materials. *Pharmacol. Ther. Dent.*, 6:79~86, 1981]. 또한 Hattab은 불소를 첨가한 알지네이트 인상재를 부분 탈회한 법랑질에 4 분간 접촉한 후 법랑질 탈회 억제정도 평가한 결과 41.4~61.5 %의 탈회억제효과가 있다고 하였다 [Hattab F : Effect of fluoride-containing alginates and gels on the acid resistance of demineralized human enamel. *Acta. Odontol. Scand.*, 42:175~181, 1984].

이외에도, 알지네이트 인상재의 미세부 재현성 및 모형의 표면 특성에 영향을 줄 수 있는 인자로 Anastassiadou 등은 알지네이트 인상재의 경화 중 pH가 알칼리성에 가까울수록 표면재현성이 우수하다고 입증하였으며 [Anastassiadou V, Dolopoulou V, Kaloyannides A : Relationship between pH changes and dimensional stability in irreversible hydrocolloid impression material during setting. *Int. J. Prosthodont.*, 8:535~540, 1995], 생체적합성에 관한 보고로 Sydiskis와 Gerhardt는 시판 알지네이트 인상재의 세포독성을 평가한 결과 어느 정도 세포독성을 나타낸다고 보고하였다 [Sydiskis RJ, Gerhardt DE : Cytotoxicity of impression materials. *J. Prosthet. Dent.*, 69:431~435, 1993].

한편, 최근 키토산에 관한 연구가 활발하게 진행되면서 치의학 분야에 응용하는 방법에 대한 연구결과가 많이 보고되고 있다. Sano 등은 구강 미생물에 대한 항균성에 있어서, 상기 키토산 용액이 치태의 양을 유의하게 줄이며 치태의 부착도 억제한다고 하였다 [Sano H, Shibasaki K, Matsukubo T, Takaesu Y : Comparison of the activity of four chitosan derivatives in reducing initial adherence of oral bacteria onto tooth surfaces. *Bull. Tokyo Dent. Coll.*, 42:243~249, 2001 ; Sano H, Shibasaki K, Matsukubo T, Takaesu Y : Effect of rinsing with phosphorylated chitosan on four-day plaque regrowth. *Bull. Tokyo Dent. Coll.*, 42:251~256, 2001].

이에, 본 발명자들은 다기능형 치과용 알지네이트 인상재의 조성을 제조하고자 통상의 치과용 알지네이트 인상재에 불화소다 및 불화석을 일정 함량 함유시키고, 추가로 수용성 또는 부분 수용성의 키토산을 첨가하여 제조하였으며, 얻어진 인상재 조성의 기계적 및 생체적합성을 측정한 결과 종래의 것에 비하여 동등 이상의 결과를 얻었으며, 불소를 첨가함에 따라 인상 채득 과정에서 치아에 불소도포 효과를 얻는 기술 및 항균작용이 있는 키토산 천연물질을 필러로 첨가하여 인상채득 후 치면 및 치은 상피의 미생물의 수를 줄여서 치과증상자의 2 차 감염 및 교차감염을 줄일 수 있음을 알아내어 본 발명을 완성하였다.

발명이 이루고자 하는 기술적 과제

본 발명의 목적은 국내 사용조건에 적합하고 인상 채득과정에 치면에 불소를 도포하며 항균효과를 보여 교차감염을 방지할 수 있는 치과용 알지네이트 인상재 조성을 및 그의 제조방법을 제공하는 것이다.

발명의 구성 및 작용

본 발명은 인상 채득 과정에서 치아에 불소를 도포하여 항우식성을 높이며, 인상 채득 후 치면 및 치은 상피의 미생물의 수를 주여 감염을 줄일 수 있는 치과용 알지네이트 인상재 조성물을 제공한다.

본 발명에 따른 치과용 알지네이트 인상재 조성물은 공지된 인상재 분말에 대하여 불소 화합물 및 키토산을 첨가하여 얻어진다.

보다 구체적으로 본 발명의 치과용 알지네이트 인상재 제 1 조성물은:

알긴산 나트륨 (sodium alginate), 황산 칼슘 (calcium sulfate), 규조토 (diatomaceous earth), 붕사 (borax), 산화 마그네슘 (magnesium oxide), 염화 칼륨 (potassium chloride), 초산 나트륨 (sodium acetate), 인산 나트륨 (sodium phosphate) 및 불화 아연 (zinc fluoride)을 포함하는 인상재 분말 100 중량부에 대하여,

불소 화합물인 불화소다 0.5~2.5 중량부, 불화석 0.5~1.5 중량부; 및

수용성 또는 부분 수용성 키토산 분말 1~2.5 중량부를 포함한다.

또한 본 발명의 치과용 알지네이트 인상재 제 2 조성물은:

알긴산 나트륨 (sodium alginate), 황산 칼슘 (calcium sulfate), 규조토 (diatomaceous earth), 붕사 (borax), 산화 마그네슘 (magnesium oxide), 초산 나트륨 (sodium acetate), 인산 나트륨 (sodium phosphate), 불화 아연 (zinc fluoride) 및 산화 아연 (zinc oxide)을 포함하는 인상재 분말 100 중량부에 대하여,

불소 화합물인 불화소다 0.5~2.5 중량부 또는 불화석 0.5~1.5 중량부; 및

수용성 또는 부분 수용성 키토산 분말 1~2.5 중량부를 포함한다.

이하 본 발명을 더욱 상세히 설명한다.

치과용 알지네이트 인상재의 평가기준을 요약해 보면 다음과 같다.

- i) 분말은 균일하고 불순물을 함유하지 않아야 한다.
- ii) ISO 10993 또는 ISO 7408의 방법으로 시험하였을 때 생체적합성이 있어야 한다.
- iii) 혼합물은 제조사가 제시한 방법으로 혼합하여 육안으로 관찰하였을 때 균질하고 덩어리가 남아있거나 뭉쳐있어서는 안되며, 인상체의 표면은 매끄러워야 한다.
- iv) 혼합시간은 60 초 이내가 되도록 한다.
- v) 석고와의 친화성 및 미세부 재현성은 제조사가 추천한 석고로 제작한 석고모형과 깨끗하게 분리되고 모형 표면이 매끄러워야 한다.
- vi) 인상에 주입한 석고모형은 50 μ m의 선을 끊김 없이 재현하여야 한다. vii) 변형 후 탄성회복율은 95% 이상이고 압축변형률 (유연성) 은 5~20%를 가져야 한다.
- viii) 압축강도는 0.35 Mpa 이상이어야 한다.

이에, 본 발명은 상기한 조건을 만족시키는 인상재 분말을 채택하고, 여기에 불소 화합물 및 키토산을 추가로 함유시킨다.

상기 인상재 분말은 알긴산 나트륨 (sodium alginate), 황산 칼슘 (calcium sulfate), 규조토 (diatomaceous earth), 붕사 (borax), 산화 마그네슘 (magnesium oxide), 초산 나트륨 (sodium acetate), 인산 나트륨 (sodium phosphate) 및 불화 아연 (zinc fluoride)과, 여기에 염화 칼륨 (potassium chloride) 또는 산화아연을 선택적으로 포함한 것이며, 이때의 조성은 하기 표 1에 나타낸 바와 같다.

표 1.

	알긴산나트륨	황산칼슘	규조토	붕사	산화마그네슘	염화칼륨	초산나트륨	인산나트륨	불화아연	산화아연
분말 (I)	10.0 ~12.0	10.0 ~12.0	64.0 ~68.0	1.5 ~2.0	1.5 ~2.0	1.5 ~2.0	1.5 ~2.0	1.8 ~2.2	1.5 ~2.0	-
분말 (II)	10.0 ~12.0	10.0 ~12.0	64.0 ~68.0	1.5 ~2.0	1.5 ~2.0	-	1.5 ~2.0	1.8 ~2.2	1.5 ~2.0	1.5 ~2.0

상기 인상재 분말 (I) 및 (II)는 유연성이 5~20% 범위로 규격에 적합하였고, 탄성 회복율은 시판 제품과 유사하였으며, 경화시간 또한 1.5~5 분으로 시판 제품과 유사하였다. 또한 압축강도는 0.35 MPa 이상으로 규정한 규격에 적합하였고 미세부 재현성은 배합 비율에 따라 차이가 있었으나, 모두 규격에는 적합한 수치를 나타내었다.

보다 바람직하기로, 상기 제 (I) 인상재 분말은:

알긴산 나트륨 11.35 중량%, 황산 칼슘 11.55 중량%, 구조토 65.6 중량%, 붕사 1.9 중량%, 산화 마그네슘 1.9 중량%, 염화 칼륨 1.9 중량%, 초산 나트륨 1.9 중량%, 인산 나트륨 2.0 중량% 및 불화 아연 1.9 중량%를 포함하며;

제 (II) 인상재 분말은:

알긴산 나트륨 11.35 중량%, 황산 칼슘 11.55 중량%, 구조토 65.6 중량%, 붕사 1.9 중량%, 산화 마그네슘 1.9 중량%, 초산 나트륨 1.9 중량%, 인산 나트륨 2.0 중량%, 불화 아연 1.9 중량% 및 산화 아연 1.9 중량%를 포함한다.

상기 인상재 분말에 있어서 알긴산 나트륨의 점도가 최종 치과용 알지네이트 인상재 조성물의 유연성 및 탄성 회복에 영향을 주는 것을 확인 하였는 바, 본 발명에서는 300~400 cp의 중점도 및 500~600 cp의 고점도의 알긴산 나트륨을 사용한다.

바람직한 실시예에 따르면, 상기 고점도의 알긴산 나트륨을 사용한 경우, 압축 변형률, 탄성, 경화시간 및 불소방출량, 압축강도 등이 중점도의 그것에 비하여 약간 우수하였으나 전체적으로 큰 차이는 나타나지 않았다 (표 3 및 표 4 참조).

또한 상기 인상재 분말은 치과용 인상재로서 어느 정도의 강도를 갖고 혼합이 잘 되며, 표면 상태를 매끄럽게 하기 위하여 그 크기를 한정하며, 본 발명에서는 100 μ m 이하가 되도록 분쇄하여 체로 쳐서 사용하였다. 일단 각 조성을 균일하게 혼합한 다음 볼밀 (ball mill) 등을 이용하여 적절한 입자 크기가 되도록 조절한 후 체에 쳐 균일한 입자를 얻을 수 있다.

상기 사용되는 인상재 분말은 시간이 경과되어도 중성의 pH를 유지한다. 이를 확인하기 위하여 상기 중점도 및 고점도의 알긴산나트륨을 포함하는 인상재 분말 조성 (I), (II)에 증류수를 혼합한 다음, 시간에 따른 pH 변화를 측정된 결과 혼합 이후 20분 동안 중성을 유지함을 확인할 수 있었다 (도 1 참조). 또한 비교를 위하여 시판되는 제품을 사용하여 동일한 조건하에 실시한 결과, 혼합 후 5분 내에 pH가 3~4로 급격히 감소하여 산성을 나타내었다.

본 발명의 두번째 성분인 불소 화합물을 상기 인상재 분말에 첨가함으로써 인상 채득 과정에서 치아에 인상재의 불소도 포 효과를 얻고, 표면 상태를 향상시킨다.

그러나, 과량을 첨가하게 되면 압축 변형률, 탄성 회복률 등이 약간 저하될 우려가 있는 바, 그 함량을 상기 인상재 분말 100 중량부에 대하여 0.5~2.5 중량부로 한정한다.

사용가능한 불소 화합물은 이 분야에서 사용할 수 있는 화합물이면 어느 것이든 가능하며 본 발명에서 특별히 한정하지는 않으나, 바람직하기로는 불화소다, 불화석 및 이들의 혼합물 중에서 선택하여 사용한다. 이때 불화소다 또는 불화석을 사용하는 경우 바람직한 물성을 얻기 위하여 각각의 함량이 달라지게 되는 데, 불화소다의 경우 0.5~2.5 중량부, 불화석의 경우 0.5~1.5 중량부를 첨가한다.

또한 본 발명의 세번째 성분인 키토산을 상기 인상재 분말에 첨가함으로써, 키토산 자체의 항균 작용으로 인하여 인상 채득 후 치면 및 치은 상피에 존재하는 미생물의 수를 줄일 수 있어 치과 종사자의 2차 감염 및 교차 감염을 방지할 수 있다. 상기 키토산은 생체적합성이 우수하여 인체에 거의 독성을 나타내지 않는 장점이 있으며, 치과용 알지네이트 인상재 조성물의 압축변형률, 탄성 회복률 등의 기계적 강도를 약간 증가시키나 불소 방출량 및 압축 강도의 저하를 야기시킴에 따라 그 함량을 인상재 분말 100 중량부에 대하여 1~2.5 중량부로 한정한다.

상기 키토산을 치과용 알지네이트 인상재 분말에 첨가하고 이후 사용과정에서 항균성을 나타내기 위해서는 물에 용해되어야 하므로, 수용성 또는 부분 수용성인 것을 사용한다. 상기 인상재 분말과의 균일하고도 적절한 혼합은 키토산이 가진 항균효과를 효과적으로 나타낼 수 있도록 한다. 상기 키토산은 항균성을 나타낸다고 알려져 있는 1000~100,000 정도의 분자량을 가진 것이면 어느 것이이라도 사용할 수 있으며, 본 발명에서 특정 범위를 한정하지는 않는다.

상술한 바와 같이, 본 발명은 인상재 분말, 불소 화합물 및 키토산을 첨가하여 치과용 알지네이트 인상재 조성물을 얻을 수 있다.

상기 치과용 알지네이트 인상재 조성물의 제조방법은 이 분야에서 통상적으로 사용되는 방법을 사용할 수 있으며, 본 발명에서 특별히 한정하지 않는다.

일례로 인상재 원재료 분말과 불소 화합물 및 키토산을 추가로 첨가하고 볼밀로 균일하게 혼합한 다음 체에 걸러 균질한 입자 크기의 인상재 분말을 얻고,

혼수비 (water/powder ratio)가 상기 인상재 분말 1g 에 대하여 물 또는 불소 수용액이 10~15 cc, 바람직하기로는 12cc를 인상재 분말과 혼합하여 구강 내 인상채득에 사용한다.

상기한 제조방법에 따라 본 발명에서는 다양한 조성의 치과용 알지네이트 인상재 조성물을 제조하였으며, 국제표준화 기구 규격에 의하여 물성을 측정하였다.

그 결과, 중점도 또는 고점도 알긴산나트륨을 포함하는 인상재 분말 (I) 또는 (II)에 첨가제로 불소 또는 키토산을 첨가하여 압축변형을 및 탄성회복률 등의 물성을 측정된 결과 (실시예 1~16), 이미 치과용 인상재로 적합한 것으로 보고된 (이용근, 임범순, 김철위 : 치과용 알지네이트 인상재의 국산화 및 개량에 관한 연구, I. 조성이 특성에 주는 영향, 대한치과기체학회지, 261-270, 2001) 불소 또는 키토산을 첨가하지 않은 알지네이트 인상재 분말 (I), (II) (비교예 1~4) 에 비하여 동등 이상의 수치를 얻을 수 있었다. 다만 일부 조성물에 있어서 불소 및 키토산이 첨가됨에 따라 상기 압축변형을 및 탄성회복률이 약간 변하는 경향을 나타내었으나, 모두 유의한 범위 내에 속하며 규격에서 정한 범위 내 또는 그보다 우수한 수치를 나타내었다 (표 1 참조).

또한 경화 후의 표면 상태도 매끈함을 확인하였다.

그리고, 상기 제조된 조성물에 대하여 불소방출량을 측정된 결과 불소 수용액으로 혼합한 경우 그 방출량이 적었고, 불화소다 분말 형태로 혼합한 경우 높은 방출량을 나타내었다.

더우기, 상기 조성물의 생체적합성을 알아보기 위하여 세포독성 시험을 한 결과 종래 시판되는 제품과 거의 동등하게 나타났다. 키토산 첨가에 의한 항균성을 측정된 결과에서는 키토산을 첨가하지 않은 알지네이트 인상재보다 항균성이 우수함을 확인하였다.

상술한 바와 같이, 본 발명에서 제시된 치과용 알지네이트 인상재 조성물은 인상재가 지녀야 할 기본적인 물성-압축변형을, 탄성 회복률- 및 생체적합성이 우수할 뿐만 아니라 종래의 제품이 가지지 못한 불소 방출 및 항균작용의 다기능성이 부여됨에 따라 치과 진료과정에서 인상 채득에 적합하게 사용될 수 있다.

이하 본 발명을 하기 실시예에 의해 더욱 상세히 설명하고자 한다. 그러나, 하기 실시예는 본 발명을 설명하기 위한 일례로서 본 발명이 이에 한정되지는 않는다.

이하 사용되는 %는 중량부를 의미한다.

<실시예 1> 치과용 알지네이트 인상재 조성물의 제조 1

본 발명의 치과용 알지네이트 인상재 분말의 기본조성을 제조하기 위하여 하기와 같이 실시하였다.

중점도 인상재 분말 (I) (Wako, 300~400 cp)에 1% 불화소다 분말을 첨가하고, 볼밀 (Young Hana, Korea) 을 이용하여 160 RPM의 회전속도로 4 시간 동안 균질하게 혼합하였다. 얻어진 혼합 분말을 140 번 표준체 (100 μ m)로 쳐서 일정 크기로 얻은 다음, 자동혼합기 (Combination unit, Whip-mix, USA) 에 물과 함께 넣어 10 초간 진공 상태에서 혼합하여 알지네이트 인상재 조성물을 제조하였다. 이때 혼수비는 분말 5 g에 물 12 cc로 하였다.

<실시예 2> 치과용 알지네이트 인상재 조성물의 제조 2

중점도 인상재 분말 (I) (Wako, 300~400 cp)에 2%의 불화소다를 첨가한 것을 제외하고, 상기 실시예 1과 동일한 방식으로 수행하여 알지네이트 인상재 조성물을 제조하였다.

<실시예 3> 치과용 알지네이트 인상재 조성물의 제조 3

중점도 인상재 분말 (II) (Wako, 300~400 cp)에 1%의 불화소다를 첨가한 것을 제외하고, 상기 실시예 1과 동일한 방식으로 수행하여 알지네이트 인상재 조성물을 제조하였다.

<실시예 4> 치과용 알지네이트 인상재 조성물의 제조 4

중점도 인상재 분말 (II) (Wako, 300~400 cp)에 2%의 불화소다를 첨가한 것을 제외하고, 상기 실시예 1과 동일한 방식으로 수행하여 알지네이트 인상재 조성물을 제조하였다.

<실시예 5> 치과용 알지네이트 인상재 조성물의 제조 5

고점도 인상재 분말 (I) (Wako, 500~600 cp)에 1%의 불화소다를 첨가한 것을 제외하고, 상기 실시예 1과 동일한 방식으로 수행하여 알지네이트 인상재 조성물을 제조하였다.

<실시예 6> 치과용 알지네이트 인상재 조성물의 제조 6

고점도 인상재 분말 (I) (Wako, 500~600 cp)에 2%의 불화소다를 첨가한 것을 제외하고, 상기 실시예 1과 동일한 방식으로 수행하여 알지네이트 인상재 조성물을 제조하였다.

<실시예 7> 치과용 알지네이트 인상재 조성물의 제조 7

고점도 인상재 분말 (I) (Wako, 500~600 cp)에 1%의 불화석을 첨가한 것을 제외하고, 상기 실시예 1과 동일한 방식으로 수행하여 알지네이트 인상재 조성물을 제조하였다.

<실시예 8> 치과용 알지네이트 인상재 조성물의 제조 8

고점도 인상재 분말(Ⅱ)(Wako, 500~600 cp)에 1%의 불화소다를 첨가한 것을 제외하고, 상기 실시예 1과 동일한 방식으로 수행하여 알지네이트 인상재 조성물을 제조하였다.

<실시예 9> 치과용 알지네이트 인상재 조성물의 제조 9

고점도 인상재 분말(Ⅱ)(Wako, 500~600 cp)에 2%의 불화소다를 첨가한 것을 제외하고, 상기 실시예 1과 동일한 방식으로 수행하여 알지네이트 인상재 조성물을 제조하였다.

<실시예 10> 치과용 알지네이트 인상재 조성물의 제조 10

고점도 인상재 분말(Ⅱ)(Wako, 500~600 cp)에 1%의 불화석을 첨가한 것을 제외하고, 상기 실시예 1과 동일한 방식으로 수행하여 알지네이트 인상재 조성물을 제조하였다.

<실시예 11> 치과용 알지네이트 인상재 조성물의 제조 11

중점도 인상재 분말(Ⅰ)(Wako, 300~400 cp)에 1%의 불화소다를 첨가하고, 여기에 2%의 수용성 키토산(영키토, 고려키토산 회사 식용 제품)을 부가적으로 첨가한 것을 제외하고, 상기 실시예 1과 동일한 방식으로 수행하여 알지네이트 인상재 조성물을 제조하였다.

<실시예 12> 치과용 알지네이트 인상재 조성물의 제조 12

중점도 인상재 분말(Ⅱ)(Wako, 300~400 cp)에 1%의 불화소다를 첨가하고, 여기에 2%의 수용성 키토산(영키토, 고려키토산 회사 식용 제품)을 부가적으로 첨가한 것을 제외하고, 상기 실시예 1과 동일한 방식으로 수행하여 알지네이트 인상재 조성물을 제조하였다.

<실시예 13> 치과용 알지네이트 인상재 조성물의 제조 13

중점도 인상재 분말(Ⅱ)(Wako, 300~400 cp)에 1%의 불화소다를 첨가하고, 여기에 2%의 부분수용성 키토산(1% 수용성, 고려키토산 회사 제품)을 부가적으로 첨가한 것을 제외하고, 상기 실시예 1과 동일한 방식으로 수행하여 알지네이트 인상재 조성물을 제조하였다.

<실시예 14> 치과용 알지네이트 인상재 조성물의 제조 14

고점도 인상재 분말(Ⅰ)(Wako, 500~600 cp)에 1%의 불화소다를 첨가하고, 여기에 2%의 수용성 키토산(1% 수용성, 고려키토산 회사 제품)을 부가적으로 첨가한 것을 제외하고, 상기 실시예 1과 동일한 방식으로 수행하여 알지네이트 인상재 조성물을 제조하였다.

<실시예 15> 치과용 알지네이트 인상재 조성물의 제조 15

고점도 인상재 분말(Ⅱ)(Wako, 500~600 cp)에 1%의 불화소다를 첨가하고, 여기에 2%의 수용성 키토산(영키토, 고려키토산 회사 식용 제품)을 부가적으로 첨가한 것을 제외하고, 상기 실시예 1과 동일한 방식으로 수행하여 알지네이트 인상재 조성물을 제조하였다.

<실시예 16> 치과용 알지네이트 인상재 조성물의 제조 16

고점도 인상재 분말(Ⅱ)(Wako, 500~600 cp)에 1%의 불화소다를 첨가하고, 여기에 2%의 부분수용성 키토산(1% 수용성, 고려키토산 회사 제품)을 부가적으로 첨가한 것을 제외하고, 상기 실시예 1과 동일한 방식으로 수행하여 알지네이트 인상재 조성물을 제조하였다.

<비교예 1> 인산칼슘계 복합 조성물의 제조 1

중점도 인상재 분말(Ⅰ)(Wako, 300~400 cp)을 사용하여 상기 실시예 1과 동일한 방식으로 수행하여 알지네이트 인상재 조성물을 제조하였다.

<비교예 2> 인산칼슘계 복합 조성물의 제조 2

중점도 인상재 분말(Ⅱ)(Wako, 300~400 cp)을 사용하여 상기 실시예 1과 동일한 방식으로 수행하여 알지네이트 인상재 조성물을 제조하였다.

<비교예 3> 인산칼슘계 복합 조성물의 제조 3

고점도 인상재 분말 (I) (Wako, 500~600 cp)을 사용하여 상기 실시예 1과 동일한 방식으로 수행하여 알지네이트 인상재 조성물을 제조하였다.

<비교예 4> 인산칼슘계 복합 조성물의 제조 4

고점도 인상재 분말 (II) (Wako, 500~600 cp)을 사용하여 상기 실시예 1과 동일한 방식으로 수행하여 알지네이트 인상재 조성물을 제조하였다.

상기 실시예 1~16 및 비교예 1~4의 조성을 하기 표 2에 나타내었다.

표 2.

조성	인상재 분말 (중량부)				불소 화합물 (중량부)		키토산 (중량부)	
	혼합 조성 (I) ¹⁾		혼합 조성 (II) ²⁾		불화소다	불화석	수용성 키토산	부분 수용성 키토산
	중점도 ³⁾	고점도 ⁴⁾	중점도	고점도				
실시예 1	100	-	-	-	1	-	-	-
실시예 2	100	-	-	-	2	-	-	-
실시예 3	-	100	-	-	1	-	-	-
실시예 4	-	100	-	-	2	-	-	-
실시예 5	-	-	100	-	1	-	-	-
실시예 6	-	-	100	-	2	-	-	-
실시예 7	-	-	100	-	-	1	-	-
실시예 8	-	-	-	100	1	-	-	-
실시예 9	-	-	-	100	2	-	-	-
실시예 10	-	-	-	100	-	1	-	-
실시예 11	100	-	-	-	1	-	2	-
실시예 12	-	100	-	-	1	-	2	-
실시예 13	-	100	-	-	1	-	-	2
실시예 14	-	-	100	-	1	-	2	-
실시예 15	-	-	-	100	1	-	2	-
실시예 16	-	-	-	100	1	-	-	2
비교예 1	100	-	-	-	-	-	-	-
비교예 2	-	100	-	-	-	-	-	-
비교예 3	-	-	100	-	-	-	-	-
비교예 4	-	-	-	100	-	-	-	-

1) 혼합 조성 (I) :
알긴산 나트륨 11.35%, 황산 칼슘 11.55%, 규조토 65.6%, 붕사 1.9%, 산화 마그네슘 1.9%, 염화칼륨 1.9%, 초산 나트륨 1.9%, 인산 나트륨 2.0%, 불화 아연 1.9%, 산화 아연 1.9%.

2) 혼합 조성 (II) :
알긴산 나트륨 11.35%, 황산 칼슘 11.55%, 규조토 65.6%, 붕사 1.9%, 산화 마그네슘 1.9%, 초산 나트륨 1.9%, 인산 나트륨 2.0%, 불화 아연 1.9%, 산화 아연 1.9%.

3) 중점도 알긴산나트륨 : 300~400 cp

4) 고점도 알긴산나트륨 : 500~600 cp

상기 실시예 1~16 및 비교예 1~4에서 얻어진 인산칼슘계 복합재의 물성을 알아보기 위하여, 국제표준화기구 규격 (ISO, 1990) 1563, 대한치과의사협회 규격 제 8 호, 한국공업규격 (KS) P74191, 한국식품의약품안전청 고시 (KFDA) 제 1 호 및 미국치과의사협회 규격 제 18 호 (1992) 의 방법을 중심으로 평가하였다.

<실험예 1>

1) 압축변형률 및 탄성회복율

ISO 1563의 <6.6 압축시 변형률>에 의거하여 측정하였다.

시편을 압축용 기구 위에 올려놓고 이 위에 0.01 N/mm²에 해당하는 응력을 가한 후 높이를 읽고 이어서 힘을 1,250±10 g 으로 높여 높이를 읽어서 차이를 압축시 변형률 (압축변형률) 로 하였다.

변형 후 회복율 (탄성회복율)은 동 규격 6.5에 따라 실험하였으며, 이러한 결과를 하기 표 3에 나타내었다.

표 3.

실시에	압축변형률 (%)	탄성회복률 (%)
실시에 1	15.45 (1.81)	93.18 (0.36)
실시에 2	15.64 (1.42)	93.33 (0.24)
실시에 3	17.04 (1.53)	93.00 (0.16)
실시에 4	16.52 (1.07)	92.19 (0.45)
실시에 5	17.34 (2.07)	93.24 (0.29)
실시에 6	17.91 (1.52)	92.43 (0.32)
실시에 7	18.48 (2.69)	92.76 (0.24)
실시에 8	18.87 (1.05)	92.82 (0.39)
실시에 9	19.62 (0.90)	92.57 (0.18)
실시에 10	17.73 (0.84)	93.37 (0.69)
실시에 11	20.75 (2.13)	92.33 (0.33)
실시에 12	20.48 (2.70)	92.04 (0.24)
실시에 13	19.19 (1.59)	92.07 (0.43)
실시에 14	19.19 (1.77)	92.23 (0.20)
실시에 15	16.38 (1.21)	92.96 (0.48)
실시에 16	17.99 (1.79)	93.00 (0.57)
비교예 1	12.75 (1.11)	94.03 (0.10)
비교예 2	19.20 (1.32)	93.69 (1.80)
비교예 3	17.73 (2.28)	93.09 (0.55)
비교예 4	18.45 (0.93)	93.45 (0.71)

* 압축변형률은 유연성을 의미하는데 규격에서는 5~20%로 규정하고 있으며 탄성회복률 (= 100 - 영구변형)은 95% 이상으로 규정하고 있다.

상기 표 3에 따르면, 중점도 알긴산나트륨을 포함하는 인상재 분말(I)에 불소 화합물을 사용한 조성물은 압축변형률에서 15~18%로 모두 규격에 적합하였으며, 상기 조성에 추가로 수용성 키토산 또는 부분 수용성 키토산을 첨가한 경우에도 최대 20%의 압축변형률을 나타내어 국제표준화기구 규격에 적합하였다. 또한 불소를 첨가한 조성물은 첨가하지 않은 조성물에 비하여 탄성회복률이 약간 저하되는 경향을 나타내었다.

중점도 알긴산나트륨을 포함하는 인상재 분말(II)을 포함하는 조성물에 있어서도 압축변형률이 20% 미만으로 바람직한 결과를 얻었으며, 탄성회복률은 불소를 첨가하여도 유의한 변화가 없었다.

고점도 알긴산나트륨을 포함하는 인상재 분말(I)을 포함하는 조성물의 경우에도 압축변형률이 20% 미만으로 규격에 적합하였으며, 불소용액 및 키토산을 추가로 첨가한 경우 약간 상승하는 결과를 나타내었으나 인상재로 사용하지 못할 정도의 유의성 있는 수치는 아니었다. 그리고, 탄성회복률 또한 불소를 첨가하여도 유의한 변화가 없었다.

마지막으로, 고점도 알긴산나트륨을 포함하는 인상재 분말(II)을 포함하는 조성물은 상기 고점도 알긴산나트륨을 포함하는 인상재 분말(I)과 마찬가지로 불소용액 및 키토산을 추가로 첨가한 경우 압축변형률이 약간 상승하는 결과를 나타내었으나 오차 범위에 속하는 수치이고 나머지 조성물 모두에 있어서는 20% 미만으로 규격에 적합함을 확인하였다. 또한, 탄성회복률은 불소 또는 키토산을 첨가하여도 유의한 변화가 없었다.

결과적으로, 압축변형률 및 탄성회복률은 종래 시판되는 비교예 1~4의 조성물과 거의 동등한 수치를 나타냄을 알 수 있었다.

2) 경화시간

미국치과의사협회 규격 제 18 편의 <6.4 초기경화시간>에 의거하여 측정하였다.

알지네이트 시편제작용 금형에 상기에서 제조된 실시예 또는 비교예의 알지네이트 인상재 조성물을 주입하고, 즉시 10 초 간격으로 직경 6 mm, 길이 10 cm의 연마한 poly(methylmethacrylate) 봉의 평평한 끝을 접촉하였으며, 깨끗하게 분리될 때까지 계속 수행하였다. 이때 경화시간은 혼합 시작부터 인상재가 봉의 끝에 묻어나지 않을 때까지의 시간으로 하였으며 3 회 시행하여 평균값을 구하여 하기 표 4에 나타내었다. 시판 제품의 경우 제조사가 제시한 시간의 15 초 이내에 경화되면 규격에 적합한 것으로 판정한다.

표 4.

구분	경화시간 (분)	구분	경화시간 (분)
실시에 1	2.03 (±0.31)	실시에 11	1.89 (±0.10)
실시에 2	2.33 (±0.14)	실시에 12	2.33 (±2.24)
실시에 3	1.92 (±0.20)	실시에 13	2.75 (±0.12)

실시예 4	1.89 (± 0.38)	실시예 14	1.89 (± 0.10)
실시예 5	2.25 (± 0.10)	실시예 15	2.42 (± 0.12)
실시예 6	1.88 (± 0.25)	실시예 16	2.00 (± 0.24)
실시예 7	2.06 (± 0.25)	비교예 1	2.92 (± 0.22)
실시예 8	2.08 (± 0.32)	비교예 2	1.79 (± 0.08)
실시예 9	1.92 (± 0.23)	비교예 3	3.25 (± 0.69)
실시예 10	2.00 (± 0.26)	비교예 4	1.88 (± 0.21)

상기 표 4에 따르면, 경화시간은 2~3분 정도로 시편 제품과 유사한 결과를 나타내었다. 본 발명의 제품의 경화시간은 조성에 따라 차이가 있으나 2~3분 정도로 제시할 수 있다. 상기 표에서 경화시간 1.51 분은 1 분 30 초를 의미한다.

3) 불소방출량 측정

상기 실시예 또는 비교예에서 얻어진 알지네이트 인상재 조성물 (0.5 g) 과 증류수 또는 불소용액 (1.2 ml) 을 혼합하여 지름 6 mm, 높이 2 mm인 테프론 주형에 주입하여 시편을 제작하였다. 15 ml 시험관에 시편 3 개와 3 ml의 증류수를 넣고 5 분간 Vortex mixer로 혼합한 다음, 시편을 제거하고 용액만 50 ml 시험관에 옮겨 Tisab과 1:1 비율로 Vortex mixer로 20 초간 혼합하였다. 이 용액을 항온수조에 넣고 20~23℃ 온도를 조정하여 이온분석기 (pH/ion meter, DP- 880M, 동우 메디칼) 로 불소방출량을 측정하였으며, 얻어진 결과를 하기 표 5에 나타내었다.

표 5.

	불소방출량 (PPM)		불소방출량 (PPM)
실시예 1	10.120 (± 1.852)	실시예 11	11.616 (± 0.914)
실시예 2	14.371 (± 1.033)	실시예 12	7.383 (± 0.276)
실시예 3	10.457 (± 0.980)	실시예 13	6.256 (± 0.237)
실시예 4	13.168 (± 1.652)	실시예 14	5.387 (± 0.300)
실시예 5	11.867 (± 2.600)	실시예 15	10.318 (± 0.436)
실시예 6	14.761 (± 1.507)	실시예 16	10.214 (± 0.397)
실시예 7	6.808 (± 0.230)	비교예 1	0.702 (± 0.023)
실시예 8	13.932 (± 1.793)	비교예 2	0.652 (± 0.063)
실시예 9	12.592 (± 1.980)	비교예 3	0.438 (± 0.010)
실시예 10	6.771 (± 0.250)	비교예 4	0.441 (± 0.039)

상기 표 5에 따르면, 실시예의 조성물의 경우 불소방출량은 약 6~14 ppm인 것에 비하여, 비교예의 조성물은 0.4~0.7 ppm으로 낮은 수치를 나타내었다. 상기 불소방출량은 첨가하는 제제 및 방법에 따라 차이가 있었는데, 100 ppm 불소 수용액으로 혼합한 경우는 증류수로 혼합한 경우와 유의한 차이가 없었고 불화소다를 첨가한 경우가 인상재의 종류와 무관하게 유의하게 높은 불소방출을 보였다 ($p=0.05$). 또한 키토산을 첨가한 인상재에 불소를 첨가한 경우의 불소방출량은 키토산을 첨가하지 않은 경우와 유사하였는데, 이 경우에는 100 ppm 불소수용액으로 혼합한 경우가 증류수로 혼합한 경우보다 유의하게 높은 불소방출을 보였다.

4) 압축특성

ISO 1563의 <6.7 압축강도>에 의거하여 실험하였다.

상기 실시예 및 비교예의 조성물로 제조된 시편을 경화 60 초 후 시편의 양끝에 종이를 댄 후 압축-인장 시험기(Instron 4465, England)의 측정부에 올려놓고 분당 10 mm의 속도로 하중을 가하여 압축강도, 압축시 최대변형률(하중을 가하기 시작하여 응력-변형률 곡선 상에서 탄성계수가 급격하게 상승하기 시작한 점까지의 변형률) 및 탄성계수를 측정하였으며, 이러한 결과를 하기 표 6에 나타내었다.

표 6.

	압축강도 (MPa)	압축시 최대변형률 (%)	탄성계수 (MPa)
실시예 1	0.839 (± 0.124)	80.321(± 18.112)	1.553 (± 0.198)
실시예 2	0.690 (± 0.083)	79.582 (± 9.865)	2.079 (± 0.383)
실시예 3	0.788 (± 0.053)	74.017(± 12.813)	1.298 (± 0.198)
실시예 4	0.493 (± 0.170)	80.761(± 11.880)	0.928 (± 0.251)
실시예 5	0.703 (± 0.116)	75.202 (± 2.842)	1.376 (± 0.263)
실시예 6	0.457 (± 0.049)	74.918 (± 5.481)	1.082 (± 0.340)
실시예 7	1.059 (± 0.117)	85.396 (± 2.318)	1.397 (± 0.461)
실시예 8	0.618 (± 0.074)	72.405 (± 0.884)	1.556 (± 0.023)
실시예 9	0.488 (± 0.037)	72.855 (± 3.311)	0.732 (± 0.116)
실시예 10	0.921 (± 0.175)	85.436 (± 4.569)	1.491 (± 0.451)
실시예 11	0.522 (± 0.076)	70.738 (± 1.253)	1.412 (± 0.122)

실시예 12	0.453 (± 0.078)	74.628 (± 3.945)	1.049 (± 0.364)
실시예 13	0.512 (± 0.071)	74.340 (± 0.525)	1.267 (± 0.157)
실시예 14	0.483 (± 0.042)	73.259 (± 2.501)	1.148 (± 0.123)
실시예 15	0.547 (± 0.052)	72.007 (± 0.722)	1.299 (± 0.133)
실시예 16	0.491 (± 0.030)	80.896 (± 4.075)	1.004 (± 0.122)
비교예 1	1.261 (± 0.197)	84.190 (± 4.312)	4.304 (± 1.167)
비교예 2	1.246 (± 0.098)	89.128 (± 2.814)	1.211 (± 0.130)
비교예 3	1.053 (± 0.145)	87.061 (± 4.280)	1.861 (± 0.263)
비교예 4	1.013 (± 0.262)	86.110 (± 2.908)	1.272 (± 0.096)

상기 표 6에 따르면, 중점도 알긴산나트륨을 포함하는 인상재 분말(I)에 불소를 첨가한 경우 압축강도는 0.690~1.261 MPa로 규격에서 제시한 0.35 MPa보다 모두 높았다. 탄성변형률에 있어서는 키토산과 2 % 불화소다 또는 불화석을 첨가한 경우 유의하게 낮아졌으며, 탄성계수는 불소 및 키토산을 첨가한 후 낮아지는 경향을 보였다. 이러한 경향은 중점도 알긴산나트륨을 포함하는 인상재 분말(II), 고점도 알긴산나트륨을 포함하는 인상재 분말(I) 및 (II)에 불소 및 키토산을 첨가한 경우에도 유사하게 나타났다.

결과적으로, 압축시 최대변형률은 70~80%로 배합비율에 따라 약간 차이가 있었으나, 탄성계수에 있어서는 본 발명에 따른 실시예의 경우 1 MPa 전후로 큰 차이가 없었다.

5) 미세부 재현성

상기 실시예 및 비교예에서 얻은 알지네이트 인상재 조성물을 인상재로 이용하게 되는 경우의 미세부 재현성을 알아보기 위하여 하기와 같이 실시하였다.

석고와의 친화성 및 미세부 재현성은 50 μ m의 선을 25 mm 재현하는 정도로 평가하였으며, 이때 경석고로 Crystal Rock (Maruish Gypsum Co. Japan)을 사용하였다. 상기 실시예 및 비교예의 알지네이트 인상재 조성물을 이용하여 인상을 채득한 후 2% 황산칼륨 용액에 1 분간 침지한 후 모형재를 주입한 경우와 비교하였다.

그결과, 미세부 재현성은 모든 재료에서 50 μ m의 선을 재현하였으며, 인상을 채득한 후 2% 황산칼륨 용액에 1 분간 침지한 후 모형재를 주입한 경우 육안으로 판단 결과, 표면이 침지하지 않은 경우보다 매끈한 표면을 보였다.

6) 경화중 산도(acidity)의 변화

본 발명에서 사용한 불소 화합물이나 키토산을 첨가한 경우에도 중성을 유지하였으며, 알지네이트 인상재 분말의 시간경과에 따른 pH의 변화를 측정하여 이러한 결과를 도 1에 나타내었다. 도 1에 따르면, 시판 제품은 혼합 5 분 후의 pH가 4 정도로 산성이었으나 본 발명의 알지네이트는 중성을 유지함을 확인할 수 있었으며, 이러한 결과로서 본 발명의 인상재 조성물이 석고 모형재와의 친화성을 향상할 수 있음을 충분히 예측할 수 있다.

7) 경화중 점도(viscosity)의 변화

본 발명에서 사용한 불소 화합물 및 키토산을 첨가한 경우 시간에 따라 점도가 약간 상승하는 경향을 나타내었으며, 키토산을 첨가한 알지네이트 인상재 분말의 시간경과에 따른 점도의 변화를 측정하였고, 이러한 결과를 도 2에 나타내었다.

중점도 알긴산나트륨을 포함하는 인상재 분말 조성 (I)에 키토산을 첨가하여 시간 경과에 따른 점도를 측정한 결과 (도 2 참조), 키토산을 첨가하지 않은 조성물에 비하여 초기 점도가 높았으며 시간에 따라 상승하는 경향을 나타내었다. 상기 초기 점도는 혼합 직후의 점도로서 인상재의 유동성을 나타내며 점도가 증가하는 속도가 경화시간을 의미한다.

그러나 키토산 혼합 후 동일한 시간이 경과한 시점에서 점도가 첨가하지 않은 경우보다 약간 높았으나 경화시간은 첨가 이전과 유사하였다.

<실험예 2> 생체적합성 및 항미생물 효과 측정

본 발명의 치과용 알지네이트 인상재 조성물의 생체적합성을 알아보기 위하여 MTT 방법으로 측정하였으며 항미생물 효과를 측정하였다.

1) 세포독성 시험

(1) 세포배양

L929 세포 (NCTC clone 929; L-929, No. of KCLB 10001) 를 사용하였다. 37℃와 5% CO₂ 배양기에서 RPMI 1640에 10,000 U/ml 페니실린 G 소듐 (penicillin G sodium) 및 10,000 μ g/ml 스트렙토마이신 설페이트 (streptomycin sulfate)를 넣고 10 % 소태아혈청 (fetal bovine serum) (Gibco Co, USA)을 첨가한 배지에 배양하였다.

(2) MTT assay

5×10^4 의 세포를 15 ml 배양액에 희석하여 96 well 배양용 접시에 100 μ l씩 넣고 24 시간 배양하였다. 세포독성 평가용 재료를 혼합하여 직경 6.0 mm, 높이 1.8 mm의 테프론 주형에 넣어 1 시간 경화한 후 주형에서 제거하여 시편 1 개당 2 ml의 FBS를 첨가하지 않은 배양액에 넣어 24 시간 37 °C에서 교반한 후 0.20- μ m의 필터를 사용하여 고형물질을 제거하고 소독하였다. 얻어진 추출액을 배양용 접시 1 well 당 50 μ l을 첨가하고 24 시간 배양한 후 MTT 용액을 넣었다. MTT 용액은 PBS에 5 mg/ml로 용해하여 0.20- μ m 필터를 이용하여 여과하였다. 16.5 μ l의 MTT 용액 (최종 MTT의 농도는 0.5 mg/ml)을 각 well에 넣은 후 37 °C와 5% CO₂ 조건에서 4 시간 배양하였다. 배양액을 30 μ l 정도 남기고 제거한 후 각 well당 100 μ l의 DMSO를 넣고 18 분간 방치한 후 ELISA reader를 이용하여 540 nm에서의 흡광도를 측정하였다.

미토콘드리아의 탈수소효소의 활성도를 음성대조군과 비교하여 비율로써 하기 표 7에 그 결과를 나타내었다. 이때, 음성대조군으로는 시편과 동일한 크기의 테프론을 24 시간 교반한 추출액을 사용하였고, 양성대조군으로는 산화아연과 유지놀을 5:1로 혼합하여 동일한 크기의 시편으로 제작하여 동일한 조건에서 추출하여 사용하였다.

표 7.

구분	세포독성 (음성대조군에 대한 비율)
실시에 11	0.512 (± 0.140)
실시에 12	0.501 (± 0.192)
실시에 13	0.494 (± 0.160)
실시에 14	0.747 (± 0.044)
실시에 15	0.734 (± 0.073)
실시에 16	0.761 (± 0.057)
비교예 1	0.667 (± 0.060)
비교예 2	0.487 (± 0.023)
비교예 3	0.635 (± 0.103)
비교예 4	0.629 (± 0.116)

상기 표 7에 따르면, 인상재 분말 조성 (I), 및 (II)에 수용성 키토산을 첨가한 경우 음성대조군에 대한 실험군의 세포활성도 (세포 내 효소인 succinyl dehydrogenase)는 0.501~0.814로 나타났으며, 부분 수용성 키토산을 첨가한 경우에는 0.494~0.767로써, 전반적으로 세포독성이 높게 나타났다.

2) 항균성 시험

본 발명에 따른 알지네이트 인상재 조성물의 항균성을 알아보기 위하여 하기와 같이 측정하였다. 중점도 알긴산나트륨을 포함하는 인상재 분말 조성 (I)에 수용성 키토산 및 부분수용성 키토산을 2% 첨가하여 항균성을 측정하였으며, 대조군으로서 아무것도 첨가되지 않은 분말 조성 (I)을 사용하였다.

각각의 조성물을 테프론 주형을 이용하여 직경 6 mm, 높이 1.5 mm의 치과용 알지네이트 인상재 시편을 제작하였고, 30 분 이내에 broth media 1 ml에 시편 5 개씩을 넣고 균을 접종한 후 일정시간 간격으로 균을 채취하였다. 이어서, spiral plater (Autoplate 4000, Spiral Biotech, USA)를 이용하여 영양배지에 접종하고 3시간 간격으로 12 시간까지 배양 후 균의 성장정도를 비교하였다. 이때, 사용한 균주는 *E. coli*와 *Staphylococcus aureus*를 사용하였으며 시료를 넣은 액상 배지를 10,000 배 희석하여 접종하였다.

*E. coli*를 사용한 경우 3시간 경과후의 64.3×10^3 CFU/ml, 6시간 경과후 66.2×10^3 CFU/ml, 9시간 경과후에는 21.1×10^3 CFU/ml, 그리고 12시간 경과후에는 14.3×10^3 CFU/ml를 나타내어, 항균성이 매우 우수함을 확인할 수 있었다. 또한 부분 수용성 키토산을 첨가한 실험에서도 유사한 결과를 얻을 수 있었으며, 6시간 경과후 23.1×10^3 CFU/ml로 동일한 시간에서의 결과를 비교해 보았을 때 수용성 키토산을 첨가한 경우보다 우수하였다.

그러나, *S. aureus*를 대상으로 한 항균실험에서는 키토산의 첨가 여부가 항균성에 명확한 영향을 주지 않았다.

발명의 효과

상술한 바와 같이, 본 발명은 치과용 알지네이트 인상재 분말에 불소 화합물 및 키토산을 첨가하여 새로운 조성물을 제조하였고, 상기 조성물의 여러가지 물성 측정 결과, 종래 사용되는 제품과 비교하여 동등 이상의 결과를 얻을 수 있었으며, 특히 불소 방출량이 우수하여 인상 채득과정에 치아에 불소를 도포하고 인상 채득 후에는 인상재에 남아있는 미생물의 수를 감소시킴에 따라, 종래 제품이 가지지 못한 불소 방출 및 항균작용을 동시에 갖는 다기능형 치과용 알지네이트 인상재로 매우 적합하다.

(57) 청구의 범위

청구항 1.

300~400 cp의 중점도 또는 500~600 cp의 고점도 알긴산 나트륨 (sodium alginate), 황산 칼슘 (calcium sulfate), 규조토 (diatomaceous earth), 붕사 (borax), 산화 마그네슘 (magnesium oxide), 염화 칼륨 (potassium chloride), 초산 나트륨 (sodium acetate), 인산 나트륨 (sodium phosphate) 및 불화 아연 (zinc fluoride)을 포함하는 인상재 분말 100 중량부에 대하여,

불소 화합물인 불화소다 0.5~2.5 중량부, 불화석 0.5~1.5 중량부 또는 이들의 혼합물; 및

수용성 또는 부분 수용성 키토산 분말 1~2.5 중량부를 포함하는 다기능형 치과용 인상재 조성물.

청구항 2.

제 1항에 있어서, 상기 인상재 분말이

300~400 cp의 중점도 또는 500~600 cp의 고점도 알긴산 나트륨 11.35 중량%, 황산 칼슘 11.55 중량%, 규조토 65.6 중량%, 붕사 1.9 중량%, 산화 마그네슘 1.9 중량%, 염화 칼륨 1.9 중량%, 초산 나트륨 1.9 중량%, 인산 나트륨 2.0 중량% 및 불화 아연 1.9 중량%가 포함된 것을 특징으로 하는 인상재 조성물.

청구항 3.

300~400 cp의 중점도 또는 500~600 cp의 고점도 알긴산 나트륨 (sodium alginate), 황산 칼슘 (calcium sulfate), 규조토 (diatomaceous earth), 붕사 (borax), 산화 마그네슘 (magnesium oxide), 초산 나트륨 (sodium acetate), 인산 나트륨 (sodium phosphate), 불화 아연 (zinc fluoride) 및 산화 아연 (zinc oxide)을 포함하는 인상재 분말 100 중량부에 대하여,

불소 화합물인 불화소다 0.5~2.5 중량부, 불화석 0.5~1.5 중량부 또는 이들의 혼합물; 및

수용성 또는 부분 수용성 키토산 분말 1~2.5 중량부를 중량부를 포함하는 다기능형 치과용 인상재 조성물.

청구항 4.

제 3항에 있어서, 상기 인상재 분말이

300~400 cp의 중점도 또는 500~600 cp의 고점도 알긴산 나트륨 11.35 중량%, 황산 칼슘 11.55 중량%, 규조토 65.6 중량%, 붕사 1.9 중량%, 산화 마그네슘 1.9 중량%, 초산 나트륨 1.9 중량%, 인산 나트륨 2.0 중량%, 불화 아연 1.9 중량% 및 산화 아연 1.9 중량%로 포함되어 있는 것을 특징으로 하는 인상재 조성물.

청구항 5.

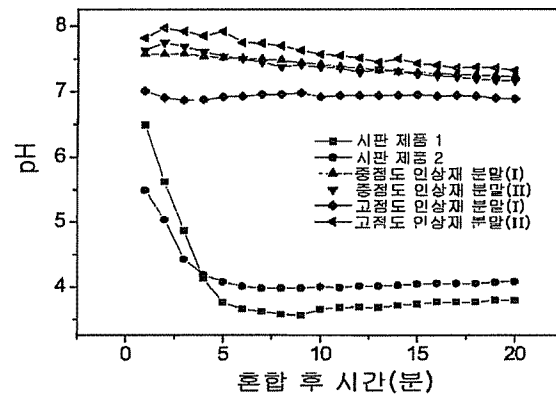
삭제

청구항 6.

삭제

도면

도면1



도면2

